

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 61-223110

(43)Date of publication of application : 03.10.1986

(51)Int.Cl.

B22F 9/24

C22B 11/04

(21)Application number : 60-064512

(71)Applicant : TANAKA KIKINZOKU KOGYO KK

(22)Date of filing : 28.03.1985

(72)Inventor : TAMEMASA HIROSHI

(54) PRODUCTION OF ULTRAFINE SILVER PARTICLE

(57)Abstract:

PURPOSE: To produce easily monodispersed ultrafine silver particles by adding a protective colloid into a reaction vessel in the stage of reducing an ammoniacal silver nitrate complex soln. in a hydrophobic reaction vessel.

CONSTITUTION: The protective colloid is added into the reaction vessel in the stage of producing the ultrafine silver particles by reducing the ammoniacal silver nitrate complex soln. by using a reducing agent in the hydrophobic reaction vessel. Oil coating, surface active agent coating, etc. are used to keep hydrophobic the inside surface of the reaction vessel so that a precipitation reaction of silver is uniformly induced. Gelatin, gum arabic, etc. are used as the protective colloid so that the precipitated ultrafine silver particles maintain the monodisperse state without flocculation. The monodispersed ultrafine silver particles having a uniform grain size are thus produced in a large volume.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application_converted_registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

THIS PAGE BLANK (USPTO)

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑪ 公開特許公報(A)

昭61-223110

⑫ Int. Cl.⁴

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 昭和61年(1986)10月3日

B 22 F 9/24
C 22 B 11/04

6554-4K
7128-4K

審査請求 未請求 発明の数 1 (全2頁)

⑭ 発明の名称 銀超微粒子の製造方法

⑮ 特 願 昭60-64512

⑯ 出 願 昭60(1985)3月28日

⑰ 発 明 者 為 政 博 史 平塚市長瀬2番地14号 田中貴金属工業株式会社平塚第二工場内

⑱ 出 願 人 田中貴金属工業株式会社 東京都中央区日本橋茅場町2丁目6番6号
社

明 細 書

1. 発明の名称

銀超微粒子の製造方法

2. 特許請求の範囲

疎水性反応槽内で還元剤を用いてアンモニア性硝酸銀錯体溶液を還元し銀超微粒子を製造する方法において、反応溶液中に保護コロイドを添加することによって、単分散した銀超微粒子を得ることを特徴とする銀超微粒子の製造方法

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は、超微細な銀粒子の製造方法に関するものである。

(従来技術とその問題点)

従来、銀超微粒子の製造方法としては、真空容器内で原料の銀を溶解して、蒸発した煙状の銀微粉末を回収する方法が用いられてきた。ところがこの方法は、発生量が少ない上に、溶湯の温度コントロールが難かしいために粒度分布が広くなりかつ、個々の粒子がチェーン状になっているため

に単分散粒子が得られないという欠点を有していた。

(発明の目的)

本発明は上記の欠点を解消せんがためになされたものであり、粒径のそろった単分散した銀超微粒子を大量に製造する方法を提供せんとするものである。

(問題点を解決するための手段)

本発明は疎水性反応槽内で還元剤を用いてアンモニア性硝酸銀錯体溶液を還元して銀超微粒子を製造する方法において、反応溶液中に保護コロイドを添加することによって単分散した銀超微粒子を得ることを特徴とするものである。

そして、本発明の製造方法において反応槽内面を疎水性に保つ理由は、親水性の場合、析出反応が容器の壁で起きるため、凝集した粒度分布の幅の広い銀粉末しか得られないため、反応槽内面を疎水性に保つことによって析出反応を水溶液中で均一に起こすことができるようになるためである。

また、反応溶液中に保護コロイドを添加する理

由は、アンモニア性硝酸銀錯体溶液を還元することによって水溶液中に析出した銀超微粒子が凝集しないで単分散状態を保つようにするためである。本発明において反応槽内面を疏水性に保つ方法としては、オイルコーティング、界面活性剤コーティング、テフロンコーティング等であり、また反応溶液中に添加する保護コロイドとしては、ゼラチン、アラビアゴム、アルブミン、ポリビニルアルコール等である。

(実施例)

ここで本発明の実施例について説明する。

実施例 1

ブドウ糖 20 g とゼラチン 0.1 g を 50℃ の水 50 ml に溶解し、この溶液をシリコンオイルコーティングしたビーカー中で攪拌しておく。また別のビーカーで硝酸銀 5 g を 10 ml の水に溶解し、これに 28% アンモニア水 4 ml を加えてアンモニア性硝酸銀錯体溶液とし、これを先のブドウ糖+ゼラチン溶液中に 1 滴 (約 0.05 ml) 添加すると溶液の色が濃赤色に変化し、銀超微粒

子が析出した。得られた銀超微粒子を透過型電子顕微鏡で観察した結果、平均粒径 80 Å の単分散した球形粒子であった。

実施例 2

ブドウ糖 500 g とポリビニルアルコール 0.5 g を 50℃ の水 1,000 ml に溶解し、この溶液を界面活性剤コーティングしたビーカー中で攪拌しておく。また、別のビーカーで硝酸銀 10 g を 10 ml の水に溶解し、これに 28% アンモニア水 8 ml を加えてアンモニア性硝酸銀錯体溶液とし、これを先のブドウ糖+ポリビニルアルコール溶液中に 1 滴 (約 0.1 ml) 添加すると溶液の色が濃赤色に変化し、銀超微粒子が析出した。

得られた銀超微粒子を透過型電子顕微鏡で観察した結果、平均粒径 100 Å の単分散した球形粒子であった。

(従来例)

ガラス製の真空容器内に設置してあるバスケット型タングステンヒーターの上に原料の銀を置きこの真空容器内を 5×10^{-3} Torr まで真空に

引いた後、バスケット型タングステンヒーターに通電し、銀を溶解すると溶湯の表面から煙状の銀微粉末が発生した。

得られた銀超微粒子を透過型電子顕微鏡で観察した結果、平均粒径 150 Å で粒度分布の広いチェーン状の粒子であった。

(発明の効果)

上記の説明で明らかなように本発明の製造方法は、疏水性反応槽内で還元剤を用いてアンモニア性硝酸銀錯体溶液を還元して銀超微粒子を製造する方法において、反応溶液中に保護コロイドを添加することにより、従来法では得られなかった単分散した銀超微粒子を簡単に製造できるので、従来の製造方法にとって代わることのできる画期的なものと言える。

出願人 田中貴金属工業株式会社